

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

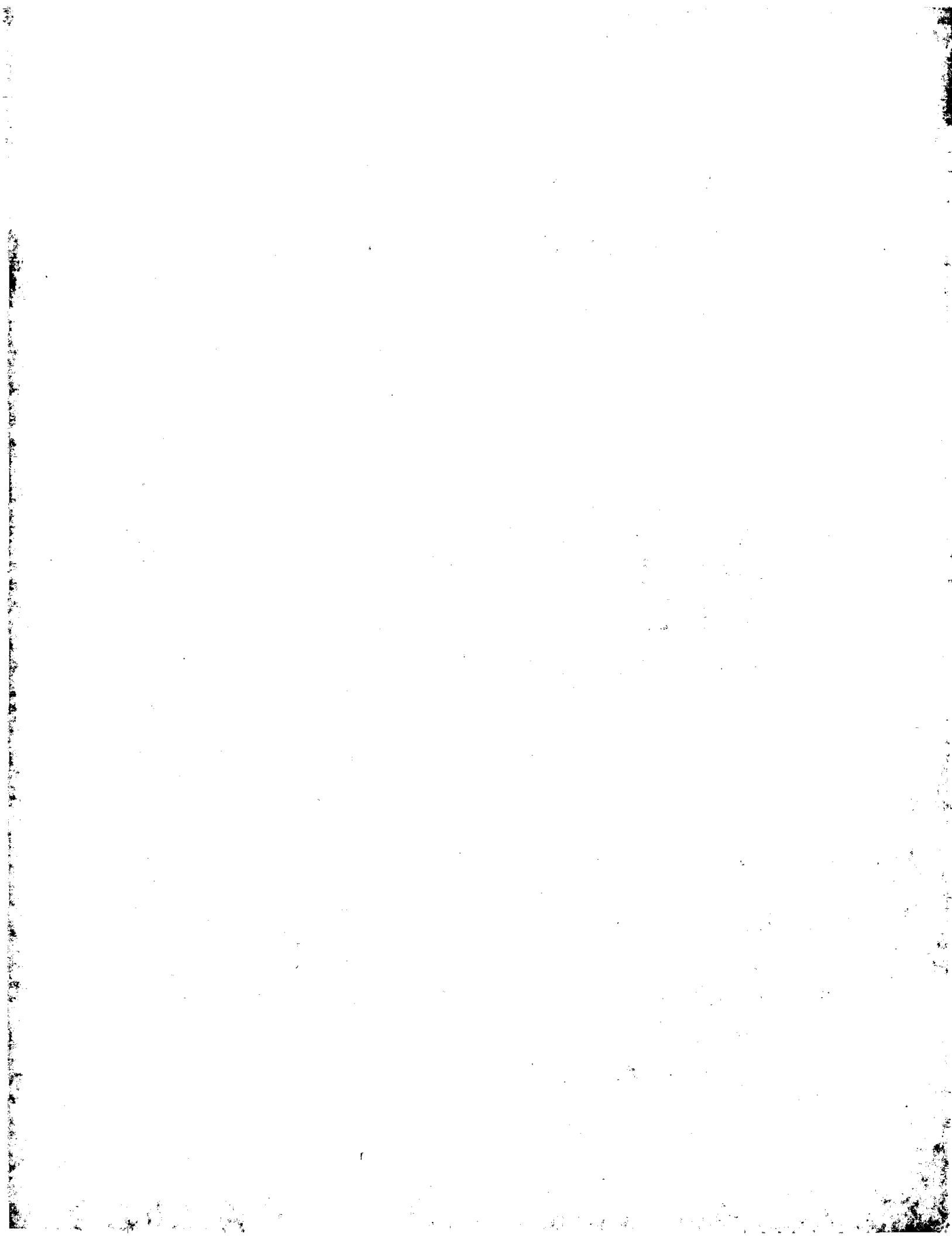
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.



PCTWELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation ⁶ : C08L 101/00, E04F 15/16, C09J 9/00	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 99/37716 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 29. Juli 1999 (29.07.99)
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP98/08418	(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF AKTIENGESELLSCHAFT; D-67056 Ludwigshafen (DE).	
(22) Internationales Anmeldedatum: 18. Dezember 1998 (18.12.98)	(81) Bestimmungsstaaten: AU, BR, JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).	
(30) Prioritätsdaten: 198 01 892.4 20. Januar 1998 (20.01.98) DE	Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i>	
(71) Anmelder (<i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i>): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE]; D-67056 Ludwigshafen (DE).		
(72) Erfinder; und		
(75) Erfinder/Anmelder (<i>nur für US</i>): FICKEISEN, Peter [DE/DE]; Hauptstrasse 45, D-67246 Dirmstein (DE). MEISTER, Martin [DE/DE]; Lincolnstrasse 19, D-67434 Neustadt (DE). RECK, Bernd [DE/DE]; Beim Bergtor 14, D-67269 Grünstadt (DE). URBAN, Dieter [DE/DE]; Kurt-Schumacher-Strasse 51a, D-67346 Speyer (DE). WISTUBA, Eckehardt [DE/DE]; Im Obergarten 7, D-67098 Bad Dürkheim (DE). KOCH, Thomas [DE/DE]; Goethestrasse 112, D-67165 Waldsee (DE). LANGHAUSER, Georg [DE/DE]; Hauptstrasse 31, D-67152 Ruppertsberg (DE).		

(54) Title: POLYMER COMPOSITION FOR USE AS AQUEOUS FLOOR ADHESIVE

(54) Bezeichnung: POLYMERZUSAMMENSETZUNG ZUR VERWENDUNG ALS WÄSSRIGER FUSSBODENKLEBSTOFF

(57) Abstract

The invention relates to an aqueous floor adhesive, containing a mixture of 10 to 50 wt. % of a polymer A) with a gel content of less than 40 wt. % and a mean molar weight M_n of the soluble constituents of less than 30,000 and 50 to 90 wt. % of a filler B), wherein the indicated weights relate to the sum of the weights of the polymer and the filler.

(57) Zusammenfassung

Wässrige Zusammensetzung, enthaltend ein Gemisch aus 10 bis 50 Gew.-% eines Polymeren A) mit einem Gelgehalt kleiner 40 Gew.-% und einem zahlenmittleren Molgewicht M_n der löslichen Anteile kleiner 30.000 und 50 bis 90 Gew.-% eines Füllstoffs B), wobei die Gewichtsangaben auf die Gewichtssumme des Polymeren und des Füllstoffs bezogen sind.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

POLYMERZUSAMMENSETZUNG ZUR VERWENDUNG ALS WÄSSRIGER FUSSBODENKLEBSTOFF

Beschreibung

5

Die vorliegende Erfindung betrifft eine wässrige Zusammensetzung, enthaltend ein Gemisch aus

10 bis 50 Gew.-% eines Polymeren A) mit einem Gelgehalt kleiner
10 40 Gew.-% und einem zahlenmittleren Molgewicht
 M_n der löslichen Anteile kleiner 30.000 und

50 bis 90 Gew.-% eines Füllstoffs B), wobei die Gewichtsangaben
15 auf die Gewichtssumme des Polymeren A) und des Füllstoffs B) bezogen sind.

Desweiteren betrifft die Erfindung die Verwendung dieser wässrigen Zusammensetzung als Klebstoff für Fußbodenbeläge.

20 Generell sollen Klebstoffe eine gute Adhäsion, d.h. eine gute Haftung zum Substrat und eine gute Kohäsion, d.h. einen guten Zusammenhalt in der Klebstoffschicht, aufweisen. An Klebstoffe für Fußbodenbeläge werden besondere Anforderungen gestellt. Hier ist vor allem ein gutes Naßanzugsvermögen gewünscht. Ein gutes
25 Naßanzugsvermögen bedeutet, daß nach Verlegen z.B. eines Teppichbodens auf den mit der wässrigen Dispersion beschichteten Untergrund der Teppichboden zunächst noch ausgerichtet und die Lage korrigiert werden kann, dann aber bald eine rutschfeste Verklebung gegeben ist, deren Festigkeit mit fortlaufender Trocknung
30 zunimmt.

Ein gutes Trockenanzugsvermögen bedeutet, daß auch nach längerer Abluftzeit ein Teppichboden nach Verlegen auf den dann trockenen Untergrund einen festen, rutschfesten Verbund ergibt.

35

Darüberhinaus ist ein Verzicht auf flüchtige organische Bestandteile, z.B. Lösemittel oder Weichmacher erwünscht, um spätere Belastungen durch entsprechende Emissionen zu vermeiden.

40

Gewünscht ist auch ein geringer Bindemittelgehalt. Bei Zusatz von Tackifiern soll das Eigenschaftsniveau insbesondere die Kohäsion möglichst gut bleiben.

45

Fußbodenkleber sind bereits aus EP-A-490191 und WO 95/21884 bekannt.

Aufgabe gegenüber diesem Stand der Technik war, Fußbodenkleber mit verbesserten anwendungstechnischen Eigenschaften, insbesondere einem guten Naßanzugsvermögen zur Verfügung zu stellen. Aufgabe war auch, den Bindemittelanteil in den Fußbodenklebstoffen aus Kostengründen möglichst gering zu halten. Soweit ein Zusatz von Tackifiern (klebrigmachenden Harzen) gewünscht ist, soll dies ohne Beeinträchtigung von z.B. Naß- und Trockenanzugsvermögen möglich sein.

10 Demgemäß wurde die oben beschriebene wäßrige Zusammensetzung und ihre Verwendung als Fußbodenklebstoff gefunden.

Die wäßrigen Zusammensetzung enthält vorzugsweise

15 10 bis 45 Gew.-%, besonders bevorzugt 15 bis 40 Gew.-% des eingangs definierten Polymeren A) und

55 bis 90 Gew.-%, besonders bevorzugt 60 Gew.-% bis 85 Gew.-% eines Füllstoffs B).

20

Die Gewichtsprozente beziehen sich dabei auf die Gewichtssumme aus A) und B).

Bei dem Polymeren A) handelt es sich vorzugsweise um ein radikalisch polymerisiertes Polymer aus ethylenisch ungesättigten Monomeren.

Das Polymer enthält vorzugsweise sog. Hauptmonomere, ausgewählt aus C₁-C₂₀-Alkyl(meth)acrylaten, Vinylestern von bis zu 20 C-Atomen enthaltenden Carbonsäuren, Vinylaromaten mit bis zu 20 C-Atomen, ethylenisch ungesättigten Nitrilen, Vinylhalogeniden, nicht aromatischen Kohlenwasserstoffen mit mindestens 2 konjugierten Doppelbindungen oder Mischungen dieser Monomeren.

35 Die vorstehend genannten Monomeren bzw. Mischungen dieses Monomeren sind vorzugsweise zu 60 bis 100 Gew.-%, vorzugsweise 80 bis 100 Gew.-%, besonders bevorzugt 90 bis 99,8 Gew.-%, bezogen auf das Polymer, im Polymer enthalten.

40 Im einzelnen zu nennen sind z.B. (Meth)acrylsäurealkylester mit einem C₁-C₁₀-Alkylrest, wie Methylmethacrylat, Methylacrylat, n-Butylacrylat, Ethylacrylat und 2-Ethylhexylacrylat.

Insbesondere sind auch Mischungen der (Meth)acrylsäurealkylester geeignet.

Vinylester von Carbonsäuren mit 1 bis 20 C-Atomen sind z.B. Vinyllaurat, -stearat, Vinylpropionat, Versaticsäurevinylester und Vinylacetat.

- 5 Als vinylaromatische Verbindungen kommen Vinyltoluol, α - und p-Methylstyrol, α -Butylstyrol, 4-n-Butylstyrol, 4-n-Decylstyrol und vorzugsweise Styrol in Betracht. Beispiele für Nitrile sind Acrylnitril und Methacrylnitril.
- 10 Die Vinylhalogenide sind mit Chlor, Fluor oder Brom substituierte ethylenisch ungesättigte Verbindungen, bevorzugt Vinylchlorid und Vinylidenchlorid.

Als nicht aromatische Kohlenwasserstoffe mit 2 bis 8 C-Atomen 15 und mindestens zwei olefinischen Doppelbindungen seien Butadien, Isopren, und Chloropren genannt.

Besonders bevorzugt sind (Meth)acrylsäureester und deren Mischungen.
20 Weitere Monomere, die z.B. von 0 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise von 0 bis 20 Gew.-% und besonders bevorzugt von 0,2 bis 10 Gew.-% im Polymer enthalten sein können, sind insbesondere C₁-C₁₀-Hydroxy-alkyl(meth)acrylate, (Meth)acrylamid sowie dessen am Stickstoff

25 mit C₁-C₄-Alkyl substituierten Derivate, ethylenisch ungesättigte Carbonsäuren, Dicarbonsäuren, deren Halbester und Anhydride, z.B. (Meth)acrylsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Maleinsäureanhydrid, Maleinsäure- und Fumarsäurehalbester und Itaconsäure. Ganz besonders bevorzugt ist ein Gehalt von 0,2 bis 5 Gew.-% einer 30 ethylenisch ungesättigten Carbonsäure.

Die Glasübergangstemperatur des Polymeren liegt vorzugsweise zwischen -50 und +20°C, insbesondere zwischen -35°C und +20°C, besonders bevorzugt zwischen -30°C und -0°C und ganz besonders bevorzugt zwischen -28°C und -5°C.
35

Die Glasübergangstemperatur des Polymeren lässt sich nach üblichen Methoden wie Differentialthermoanalyse oder Differential Scanning Calorimetrie (s. z.B. ASTM 3418/82, sog. "midpoint temperature") 40 bestimmen.

Der Gelgehalt des Polymeren A) liegt unter 40 Gew.-%, vorzugsweise unter 30 Gew.-%, besonders bevorzugt unter 20 Gew.-% bezogen auf das Polymer A). Der Gelgehalt sollte vorzugsweise 45 über 5 Gew.-% liegen.

Der Gelgehalt ist der Gehalt an unlöslichen Bestandteilen.

Der Gelgehalt wird durch die nachfolgende Methode bestimmt und definiert: Die Dispersion wird bei 21°C zu einem Film der Dicke 5 von ca. 1 mm getrocknet. Ein Gramm des Polymerfilms wird in 100 ml Tetrahydrofuran gegeben und eine Woche bei 21°C stehen gelassen. Danach wird die erhaltene Lösung bzw. Mischung mit Hilfe eines Gewebefilters (Maschenweite 125 µm) filtriert. Der Rückstand (gequollener Film) wird bei 21°C 2 Tage im Vakuumtrockenschrank 10 getrocknet und anschließend gewogen. Der Gelgehalt ist die Masse des gewogenen Rückstands dividiert durch die Masse des eingesetzten Polymerfilms.

Die in Tetrahydrofuran löslichen Anteile des Polymeren betragen 15 entsprechend 60 bis 100 Gew.-%, vorzugsweise 70 bis 100 Gew.-%, besonders bevorzugt 80 bis 100 Gew.-% insbesondere bis 95 Gew.-%, bezogen auf das Polymer.

Das zahlenmittlere Molekulargewicht M_n dieser löslichen Anteile 20 ist vorzugsweise kleiner als 20.000, bevorzugt kleiner als 15.000 und das gewichtsmittlere Molekulargewicht M_w ist vorzugsweise größer 250.000 (bestimmt durch Gelpermeationschromatographie mit Polystyrol als Standard an einer Polymerlösung in Tetrahydrofuran nach Sedimentation der unlöslichen Bestandteile).

25

M_n liegt im allgemeinen jedoch nicht unter 5000 g/mol und M_w liegt im allgemeinen nicht über 800.000 g/mol.

Die Herstellung des Polymeren erfolgt durch radikalische Polymerisation. Geeignete Polymerisationsmethoden, wie Substanz-, 30 Lösungs-, Suspensions- oder Emulsionspolymerisation sind dem Fachmann bekannt.

Vorzugsweise wird das Copolymerisat durch Lösungspolymerisation 35 mit anschließender Dispergierung in Wasser oder besonders bevorzugt durch Emulsionspolymerisation hergestellt, so daß wässrige Copolymerdispersionen entstehen.

Die Emulsionspolymerisation kann diskontinuierlich, mit oder ohne 40 Verwendung von Saatlatices, unter Vorlage aller oder einzelner Bestandteile des Reaktionsgemisches, oder bevorzugt unter teilweiser Vorlage und Nachdosierung der oder einzelner Bestandteile des Reaktionsgemisches, oder nach dem Dosierverfahren ohne Vorlage durchgeführt werden.

45

Die Monomeren können bei der Emulsionspolymerisation wie üblich in Gegenwart eines wasserlöslichen Initiators und eines Emulgators bei vorzugsweise 30 bis 95°C polymerisiert werden.

5 Geeignete Initiatoren sind z.B. Natrium-, Kalium- und Ammoniumpersulfat, tert.-Butylhydroperoxide, wasserlösliche Azoverbindungen oder auch Redoxinitiatoren wie H₂O₂/Ascorbinsäure.

Als Emulgatoren dienen z.B. Alkalosalze von längerkettigen Fett-10 säuren, Alkylsulfate, Alkylsulfonate, alkylierte Arylsulfonate oder alkylierte Biphenylethersulfonate. Des weiteren kommen als Emulgatoren Umsetzungsprodukte von Alkylenoxiden, insbesondere Ethylen- oder Propylenoxid mit Fettalkoholen, -säuren oder Phenol, bzw. Alkylphenolen in Betracht.

15

Im Falle von wäßrigen Sekundärdispersionen wird das Copolymerisat zunächst durch Lösungspolymerisation in einem organischen Lösungsmittel hergestellt und anschließend unter Zugabe von Salzbildnern, z.B. von Ammoniak zu Carbonsäuregruppen enthaltenden 20 Copolymerisaten, in Wasser ohne Verwendung eines Emulgators oder Dispergierhilfsmittels dispergiert. Das organische Lösungsmittel kann abdestilliert werden. Die Herstellung von wäßrigen Sekundärdispersionen ist dem Fachmann bekannt und z.B. in der DE-A-37 20 860 beschrieben.

25

Zur Einstellung des Molekulargewichts können bei der Polymerisation Regler eingesetzt werden. Geeignet sind z.B. -SH enthaltende Verbindungen wie Mercaptoethanol, Mercaptopropanol, Thiophenol, Thioglycerin, Thioglykolsäureethylester, Thioglykolsäuremethyl-30 ester und tert.-Dodecylmercaptan.

Der Feststoffgehalt der erhaltenen Polymerdispersionen beträgt vorzugsweise 40 bis 80, besonders bevorzugt 45 bis 75 Gew.-%. Hohe Polymerfeststoffgehalte können z.B. nach Verfahren, welche 35 in der deutschen Patentanmeldung P 4 307 683.1 oder der EP 37 923 beschrieben sind, eingestellt werden.

Die wäßrige Zusammensetzung enthält neben dem Polymeren noch mindestens den Füllstoff B). Als solche in Betracht kommen z.B. 40 feingemahlene oder gefällte Kreiden mit einem mittleren Teilchendurchmesser von im allgemeinen zwischen 2 und 50 µm und/oder Quarzmehl mit einem üblichen mittleren Teilchendurchmesser von 3 bis 50 µm.

Die Zusammensetzung kann weiterhin Netz- oder Dispergiermittel z.B. für die Füllstoffe, Verdicker und auch z.B. noch weitere übliche Zuschlagstoffe, wie Entschäumer und Konservierungsstoffe enthalten.

5

Netz- oder Dispergiermittel können z.B. in Mengen von 0 bis 5 Gew.-%, Verdicker in Mengen von 0 bis 10 Gew.-%, Konservierungsmittel in Mengen von 0 bis 1 Gew.-% und Entschäumer in Mengen von 0 bis 5 Gew.-% in der wäßrigen Zusammensetzung 10 enthalten sein. Die Gewichtsangaben beziehen sich dabei auf die Summe aller Bestandteile der wäßrigen Zusammensetzung, mit Ausnahme von Wasser.

Die Zusammensetzung ist vorzugsweise im wesentlichen frei, vorzugsweise frei von organischen Lösungsmitteln und Weichmachern wie z.B. Butylacetat, Toluol oder Phthalsäureester. Sie enthält daher organische Verbindungen mit einem Siedepunkt unterhalb 300°C bei Normaldruck (1 bar) in Mengen unter vorzugsweise 0,5 Gew.-% besonders bevorzugt unter 0,1 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt 20 unter 0,05 Gew.% und insbesondere unter 0,01 Gew.-%. Besonders bevorzugt erfüllt die erfindungsgemäße Zusammensetzung bzw. der erfindungsgemäße Fußbodenklebstoff Anforderungen der Emissionsfreiheit, wie sie von der Gemeinschaft Emissionskontrollierter Verlegewerkstoffe definiert werden.

25

Die Emissionen werden mit einer Kammerprüfmethode bestimmt. Der Fußbodenklebstoff bzw. die erfindungsgemäße Zusammensetzung wird mit 300 g/m² auf eine Glasplatte aufgetragen, deren Größe sich nach dem Kamervolumen richtet. Die Beladung der Kammer beträgt 30 0,4 m² der beschichteten Glasplatte pro m³ Kamervolumen. Die Emissionsbedingungen in der Edelstahlprüfkammer (Volumen mindestens 125 Liter) sind 23°C, 50 % rel. Luftfeuchte und ein stündlicher Luftwechsel der einen Austausch der gesamten Luft alle 2 Stunden bewirkt. Nach 10 Tagen werden die Langzeitemissionen 35 bestimmt. Dazu wird ein definiertes Volumen des Luftstroms über Adsorbentien geleitet. Nach Desorption werden die emittierten Stoffe gaschromatographisch (GC-MS-Kopplung) oder flüssigkeitschromatographisch bestimmt. Die Langzeitemissionen werden in µg/m³ bestimmt, wobei Toluol als Standardsubstanz eingesetzt wird.

40 Emittierte Substanzen, deren Kammerkonzentration größer als 20 µg/m³ ist, werden identifiziert und mit der identifizierten Reinsubstanz und kalibriert. Emittierte Substanzen, deren Kammerkonzentration kleiner als 20 µg/m³ ist, werden nicht einzeln identifiziert. Die Kalibrierung erfolgt in diesen Fällen mit Toluol.

45

Die Werte aller Substanzen werden addiert.

Im Falle der erfindungsgemäßen Zusammensetzung beträgt der Emissionswert für die Summe aller organischen Verbindungen maximal vorzugsweise 1500 µg/m³, und insbesondere maximal 500 µg/m³.

- 5 Die Zusammensetzung kann klebrigmachende Harze (Tackifier), wie Kolophoniumharze oder modifizierte Kolophoniumharze z.B. auf Basis von hydrierter Abietinsäure oder Abietinsäureestern enthalten.
- 10 Der Gehalt an Tackifiern kann vorzugsweise 1 bis 40 Gew.-Teile, bezogen auf 100 Gew.-Teile der Summe aus Polymer A) und Füllstoff B) betragen.

Die Herstellung der wässrigen Zusammensetzung kann in einfacher Weise dadurch erfolgen, daß der bei der Emulsionspolymerisation erhaltenen wässrigen Polymerdispersion die Füllstoffe und gegebenenfalls weitere Additive unter Rühren zugesetzt werden.

Der Wassergehalt der fertigen Zubereitung liegt im allgemeinen 20 bei 7 bis 50, insbesondere 10 bis 30 Gew.-%, bezogen auf die gesamte wässrige Zubereitung.

Die wässrige Zusammensetzung eignet sich insbesondere als Klebstoff zum Verkleben von Substraten aus Kunststoff, Holz, Metall, 25 Textilien aus gewebten und oder ungewebten Fasern.

Ganz besonders eignet sich die wässrige Zubereitung als Fußbodenkleber für Teppichböden oder sonstige Bodenbeläge z.B. aus PVC (in Ausführungen als Mehrschichtbeläge oder Homogenbeläge), 30 Schaumstoffbeläge mit Textilunterseite (z.B. Jute), Polyestervlies, Gummibeläge, Textilbeläge, z.B. auch mit unterschiedlicher Rückenausstattung (wie Polyurethanschaum, Styrol-Butadien-Schaum, textiler Zweitücken), Nadelfilzbodenbeläge, Polyolefinbeläge oder Linoleumbeläge, auf Untergründen wie Holz, Estrich, Beton, 35 keramische Fliesen, Metalluntergründe oder ähnliches.

Der Kleber kann z.B. mit einer Zahnleiste auf den Untergrund aufgetragen werden. Nach dem üblichen Ablüften wird der Bodenbelag eingelegt. Arbeitstechnisch ist der erfindungsgemäße Kleber 40 den lösungsmittelhaltigen Kunstharzklebern und den klassischen Dispersionseinseitklebern gleichzusetzen. In der Verarbeitbarkeit ähnelt der neue Kleber lösungsmittelhaltigen Klebern. Die erfindungsgemäße Klebstoffzusammensetzung weist ein gutes Niveau von anwendungstechnischen Eigenschaften wie Schälfestigkeit, Scherfestigkeit, Naßanzugsvermögen und Trockenanfaßvermögen auf. Die erfindungsmäßige Zusammensetzung erreicht dieses gute Eigenschaftsniveau mit deutlich geringerem Gehalt an Bindemittel, d.h. an Po-

lymer A). Auch nach Zusatz von Tackifiern, z.B. zur Erhöhung der Klebrigkeit bleibt die Naßanzugsfestigkeit auf hohem Niveau.

Die in den folgenden Beispielen angegebenen Teile und Prozente
5 beziehen sich, wenn nichts anderes angegeben, auf das Gewicht.

Beispiele

I. Dispersionen

10

Nachstehend sind zum Vergleich einige Verkaufsprodukte aufgeführt, die für Fußbodenklebstoffe empfohlen werden. Die Dispersion Acronal DS entspricht im Monomeraufbau Acronal 378 und hat daher die gleiche Glasübergangstemperatur Tg. Der Gehalt an Reg-
15 ler wurde variiert, um das gewünschte Molgewicht zu erhalten.

Tabelle 1: Physikalische Daten der Dispersionen

	Dispersion	FG	Mn	Mw	Mw/Mn	Gelgehalt Gew.-%	Tg/°C
20	Acronal A200 zum Vergleich	70 %	26 000	416 00	16	54 %	- 47
25	Acronal A323 zum Vergleich	55 %	5 800	753 000	130	70 %	- 22
30	Acronal 378 zum Vergleich	62 %	22 000	437 000	20	68 %	- 22
	Acronal DS	62 %	11 900	354 000	30	15 %	- 22

FG: Festgehalt

Tg: Glasübergangstemperatur

30

II. Fußbodenklebstoffe

Die Dispersionen wurden mit Füllstoff und mit weiteren Additiven
gemischt.

35

In Tabelle 2 sind die Mischungskomponenten und ihre Gewichtsteile
aufgeführt.

Tabelle 2

40

Versuch	1	2	3	4
Acronal A 200	24,4			
Acronal A 323		31,0		
Acronal DS 378			27,5	
45				27,5
Acronal DS				
2 %ige Latekoll D Lösung ¹⁾	14,6	8,0	11,5	11,5

Versuch	1	2	3	4
Agitan 281 ²⁾	0,2	0,2	0,2	0,2
Lutensol AO 109 ³⁾	0,5	0,5	0,5	0,5
Lumiten N-OG ⁴⁾	0,5	0,5	0,5	0,5
Pigmentverteiler NL ⁵⁾	0,5	0,5	0,5	0,5
Calgon N 30 %ig ⁶⁾	1,0	1,0	1,0	1,0
Na-Gluconat ⁷⁾	1,5	1,5	1,5	1,5
Burez LE 3004 ⁸⁾	11,0	11,0	11,0	11,0
Ulmer Weiss XM ⁹⁾	45,8	45,8	45,8	45,8

Die Menge der Polymerdispersion wurde so bestimmt, daß sich jeweils 17 Gew.-Teile Polymer (fest) ergaben.

15

Die Menge an Verdicker (Latekoll) wurde so bestimmt, daß die Viskosität gleich war.

20 1): Verdicker

20 2): Entschäumer

3): Emulgierhilfsmittel

4): Emulgierhilfsmittel

5): Dispergierhilfsmittel für Pigment

6): Dispergierhilfsmittel für Pigment

25 7): -

8): Tackifier (Harz auf Basis des Triethylenglycolesters der Abietinsäure)

9): Füllstoff

30 III. Anwendungstechnische Prüfung

- Naßanzugsvermögen (NAV):

Der Klebstoff wird mit einem DIN-Rakel auf eine Zementfaserplatte (z.B. Eternit® 2000) (20 x 50 cm) in Abzugsrichtung aufgetragen. Auftragsmenge ca. 350 - 400 g/m². Nadelfilzbeläge (NBB Streifen) werden nach 10 Minuten Ablüften in das Kleberbett eingelegt und mit einer 2,5 kg Walze durch 3 mal Hin- und Herrollen angepreßt. In den angegebenen Zeitabständen werden die Beläge mit einem Abzugsgerät abgezogen und dabei die Zunahme des Abschälwiderstandes in N 5 cm bestimmt.

Ergebnisse sind in Tabelle 3 aufgeführt.

45

- Schälfestigkeit: Bestimmt nach DIN 53269

Tabelle 3

	Schälwerte N/mm		NAV N/5 cm				
	10 min	30 min	10 min	15 min	20 min	30 min	
5	1 (zum Vergleich)	0,34	0,24	4	7	9	8
	2 (zum Vergleich)	0,91	0,07	2	5	11	22
	3 (zum Vergleich)	1,38	0,18	4	10	19	34
10	4	1,22	0,24	12	26	44	49

15

20

25

30

35

40

45

Patentansprüche

1. Wässrige Zusammensetzung, enthaltend ein Gemisch aus

5

10 bis 50 Gew.-% eines Polymeren A) mit einem Gelgehalt kleiner 40 Gew.-% und einem zahlenmittleren Molgewicht M_n der löslichen Anteile kleiner 30.000 und

10

50 bis 90 Gew.-% eines Füllstoffs B), wobei die Gewichtsangaben auf die Gewichtssumme des Polymeren A) und des Füllstoffs B) bezogen sind.

15 2. Wässrige Zusammensetzung gemäß Anspruch 1, wobei der Gewichtsanteil des Polymeren 10 bis 45 Gew.-% und des Füllstoffs 55 bis 90 Gew.-% beträgt.

3. Wässrige Zusammensetzung gemäß Anspruch 1 oder 2, wobei das
20 Polymere in Form einer 40 bis 75 %igen wässrigen Dispersion vorliegt.

4. Wässrige Zusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3,
wobei der Gehalt an flüchtigen organischen Bestandteilen,
25 d.h. organischen Verbindungen mit einem Siedepunkt bei 1 bar unter 300°C kleiner als 0,5 Gew.-%, bezogen auf die wässrige Zusammensetzung, ist.

5. Wässrige Zusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4,
30 wobei das Polymere A) zu 60 bis 100 Gew.-% aus sogenannten Hauptmonomeren, ausgewählt aus C₁-C₂₀-Alkyl(meth)acrylaten, Vinylestern von bis zu 20 C-Atome enthaltenden Carbonsäuren, Vinylaromaten mit bis zu 20 C-Atomen, ethylenisch ungesättigten Nitrilen, Vinylhalogeniden, nicht aromatischen Kohlenwas-
35 serstoffen mit mindestens 2 konjugierten Doppelbindungen oder Mischungen dieser Monomeren besteht.

6. Wässrige Zusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5,
40 wobei die Glasübergangstemperatur des Polymeren A) -50°C bis +20°C beträgt.

7. Verwendung von wässrigen Zusammensetzungen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 als Klebstoff.

45 8. Verwendung von wässrigen Zusammensetzungen gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 als Fußbodenkleber.

12

9. Mit einer wässrigen Zusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 beschichtete Substrate.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 98/08418

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 IPC 6 C08L101/00 E04F15/16 C09J9/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 IPC 6 C08L C09J E04F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 792 926 A (HENKEL KGAA) 3 September 1997 see claims 1,8; examples ----	1-3,5-8
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 095, no. 010, 30 November 1995 & JP 07 173798 A (MITSUI TOATSU CHEM INC), 11 July 1995 see abstract ----	1-3
Y	DATABASE WPI Section Ch, Week 8850 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A12, AN 88-358682 XP002096071 & JP 63 270872 A (JAPAN SYNTHETIC RUBBER CO LTD), 8 November 1988 see abstract ---- -/-	1-3

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

29 April 1999

Date of mailing of the international search report

12/05/1999

Name and mailing address of the ISA
 European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Schueler, D

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 98/08418

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 44 04 411 A (BASF AG) 17 August 1995 cited in the application see claims -----	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/08418

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 0792926	A 03-09-1997	DE DE	19607387 A 19706996 A	02-01-1997 04-09-1997
DE 4404411	A 17-08-1995	AU CA CN WO EP FI JP	1537595 A 2182743 A 1140459 A 9521884 A 0743965 A 963133 A 9508662 T	29-08-1995 17-08-1995 15-01-1997 17-08-1995 27-11-1996 09-08-1996 02-09-1997

6

7

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 98/08418

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 6 C08L101/00 E04F15/16 C09J9/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 C08L C09J E04F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 792 926 A (HENKEL KGAA) 3. September 1997 siehe Ansprüche 1,8; Beispiele ---	1-3,5-8
Y	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 095, no. 010, 30. November 1995 & JP 07 173798 A (MITSUI TOATSU CHEM INC), 11. Juli 1995 siehe Zusammenfassung ---	1-3
Y	DATABASE WPI Section Ch, Week 8850 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A12, AN 88-358682 XP002096071 & JP 63 270872 A (JAPAN SYNTHETIC RUBBER CO LTD), 8. November 1988 siehe Zusammenfassung ---	1-3 -/-

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

- "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindender Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindender Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

29. April 1999

12/05/1999

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Schueler, D

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Intern: _____ als Aktenzeichen

PCT/EP 98/08418

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 44 04 411 A (BASF AG) 17. August 1995 in der Anmeldung erwähnt siehe Ansprüche -----	1-8

INTERNATIONALER RECHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internat. Aktenzeichen

PCT/EP 98/08418

Im Rechenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
EP 0792926 A	03-09-1997	DE	19607387 A	02-01-1997
		DE	19706996 A	04-09-1997
DE 4404411 A	17-08-1995	AU	1537595 A	29-08-1995
		CA	2182743 A	17-08-1995
		CN	1140459 A	15-01-1997
		WO	9521884 A	17-08-1995
		EP	0743965 A	27-11-1996
		FI	963133 A	09-08-1996
		JP	9508662 T	02-09-1997

1
2
3

4
5
6